

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-074766

(43)Date of publication of application : 10.03.1992

(51)Int.Cl. C04B 35/52
C01B 31/06

(21)Application number : 02-185949 (71)Applicant : NATL INST FOR RES IN INORG
MATER
MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 13.07.1990 (72)Inventor : AKAISHI MINORU
KANDA HISAO
YAMAOKA NOBUO
UEDA FUMIHIRO
SASANO MASUO

(54) DIAMOND BASE SINTERED MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve hardness, thermal conductivity, high-temperature stability and wear resistance by finely and uniformly dispersing a specific metal carbonate into diamond.

CONSTITUTION: A diamond powder layer having ≥ 0.1 mm thickness and a carbonate layer of Mg, Ca, Sr or Ba or a compound carbonate layer of two or more of these carbonates, having ≥ 0.05 mm thickness are laminated, arranged and sintered under 6-12 GPa pressure at 1,700-2,500° C to give a diamond base sintered material comprising 0.1-15 vol.% dispersion phase of fine and uniform distribution consisting essentially of the (compound) carbonates and the rest of diamond constituting a ground.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-74766

⑬ Int. Cl.⁵

C 04 B 35/52
C 01 B 31/06

識別記号

3 0 1 Z
Z

庁内整理番号

8821-4G
6345-4G

⑭ 公開 平成4年(1992)3月10日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)

⑮ 発明の名称 ダイヤモンド基焼結材料

⑯ 特 願 平2-185949

⑰ 出 願 平2(1990)7月13日

⑱ 発 明 者 赤 石 寛 茨城県つくば市並木2-209-101
⑱ 発 明 者 神 田 久 生 茨城県つくば市並木4-904-206
⑱ 発 明 者 山 岡 信 夫 茨城県つくば市二の宮3-14-10
⑱ 発 明 者 植 田 文 洋 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究
所内
⑲ 出 願 人 科学技術庁無機材質研 茨城県つくば市並木1丁目1番地
究所長
⑲ 出 願 人 三菱マテリアル株式会 東京都千代田区大手町1丁目6番1号
社
⑲ 代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名
最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

ダイヤモンド基焼結材料

2. 特許請求の範囲

- (1) 主体が、Mg、Ca、Sr、およびBaの炭酸塩、並びにこれらの2種以上の複合炭酸塩のうちの1種または2種以上で構成された微細均一分布の分散相：0.1～15容量%、を含有し、残りが実質的に素地を構成するダイヤモンドからなるダイヤモンド基焼結材料。
- (2) 上記分散相が、Mg、Ca、Sr、およびBaの炭酸塩、並びにこれらの2種以上の複合炭酸塩のうちの1種または2種以上からなる上記特許請求の範囲第(1)項記載のダイヤモンド基焼結材料。
- (3) 上記分散相が、Mg、Ca、Sr、およびBaの炭酸塩、並びにこれらの2種以上の複合炭

酸塩のうちの1種または2種以上を主体とし、Mg、Ca、Sr、およびBaの炭化物および炭化物のうちの1種または2種以上を少量含有してなる上記特許請求の範囲第(1)項記載のダイヤモンド基焼結材料。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、天然ダイヤモンドとほぼ同等の高硬度、並びにこれに近い高熱伝導性、および高温安定性を有し、したがって天然ダイヤモンドの応用技術分野で使用した場合に同等のすぐれた性能を発揮するダイヤモンド基焼結材料に関するものである。

〔従来の技術〕

従来、ダイヤモンド基焼結材料として、例えば特公昭39-20483号公報および特開昭53-139607号公報などに記載されるものが知られている。

これらの従来ダイヤモンド基焼結材料は、いずれもダイヤモンド粒が分散相を形成し、このダ

特開平4-74766 (2)

ダイヤモンド粒が結合相を形成する鉄族金属や、 TiC および TiN などのセラミックによって結合された組織をもつものである。

また、これらの従来ダイヤモンド基焼結材料が、例えば WC 基超硬合金などの仕上切削に切削工具として用いられていることも知られている。

〔発明が解決せんとする課題〕

一方、近年、例えば切削装置の FA 化および CIM 化はめざましく、これに伴ない、切削工具にもより一層の使用壽命の延命化が要求される傾向にあるが、上記の従来ダイヤモンド基焼結材料においては、分散相を形成するダイヤモンド粒の結合相に対する密着性が十分でないために、切削中にダイヤモンド粒が分離し易く、摩耗が進行し、比較的短時間で使用壽命に至るのが現状である。

〔課題を解決するための手段〕

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、上記の従来ダイヤモンド基焼結材料に比して、より耐摩耗性のすぐれたダイヤモンド基焼結材料を開発すべく研究を行なった結果、

存在するようにする必要があり、このアルカリ土類炭酸塩粉末の割合は、ダイヤモンド粉末の粒径や上記焼結条件などを調整することにより自由に制御できるものであり、この結果素地がダイヤモンドからなり、この素地にアルカリ土類炭酸塩を主体とした分散相、すなわちアルカリ土類炭酸塩のほかに、焼結条件を調整することにより必要に応じて Mg 、 Ca 、 Sr 、および Ba の酸化物および炭化物のうちの1種または2種以上を少量含有せしめた分散相、または実質的にアルカリ土類炭酸塩で構成された分散相が微細均一に分布した組織をもったダイヤモンド基焼結材料が得られるようになり、このダイヤモンド基焼結材料は、上記の通り素地がダイヤモンドからなるので、天然ダイヤモンドと同等の高硬度、高熱伝導性、および高温安定性を有し、従来の個々のダイヤモンド粒が結合相としての金属やセラミックによって結合された組織を有するダイヤモンド基焼結材料に比してすぐれた耐摩耗性を具備するという研究結果を得たのである。

原料粉末として、ダイヤモンド粉末のほかに、 Mg 、 Ca 、 Sr 、および Ba の炭酸塩、並びにこれらの2種以上の複合炭酸塩（以下、これらを総称してアルカリ土類炭酸塩という）の粉末を用い、

上記アルカリ土類炭酸塩粉末のうちの1種または2種以上で構成された粉末層とダイヤモンド粉末層とを、前者の層厚を望ましくは $0.05\mu\text{m}$ 以上とし、後者の層厚を望ましくは $0.1\mu\text{m}$ 以上として積層配置した状態で、

通常の超高压焼結装置に装入し、通常の条件である、

圧力： $6\sim 120\text{Pa}$ 、温度： $1700\sim 2500^\circ\text{C}$ 、の条件で焼結を施すと、

高压付加により緻密化したダイヤモンド粉末層の微小な粉末間隙にアルカリ土類炭酸塩粉末が進入して橋接するダイヤモンド粉末の接合を著しく促進する作用を発揮し、この場合ダイヤモンド粉末との合計で占める割合で $0.1\sim 15$ 容量%のアルカリ土類炭酸塩粉末がダイヤモンド粉末層中に

この発明は、上記研究結果にもとづいてなされたものであって、

主体がアルカリ土類炭酸塩のうちの1種または2種以上で構成された微細均一分布の分散相： $0.1\sim 15$ 容量%、

を含有し、残りが実質的に素地を構成するダイヤモンドからなるダイヤモンド基焼結材料に特徴を有するものである。

なお、この発明のダイヤモンド基焼結材料において、上記分散相の含有割合を $0.1\sim 15$ 容量%と限定したのは、その割合が 0.1 容量%未満ではダイヤモンド粉末同志の焼結時の結合促進効果が十分でなく、一方その割合が 15 容量%を越えるとダイヤモンド素地によってもたらされる特性が損なわれるようになるという理由によるものである。

〔実施例〕

つぎに、この発明のダイヤモンド基焼結材料を実施例により具体的に説明する。

原料粉末として、それぞれ第1表に示されるダイヤモンド粉末および各種のアルカリ土類炭酸塩

特開平4-74766 (3)

粉末を用意し、これら原料粉末を第1表に示される層厚で積層配置した状態で、通常のベルト型超高压焼結装置に装入し、同じく第1表に示される条件で焼結することにより第1表に示される成分組成を有し、かつ直径：7mm^φ×厚さ：1mmの寸法をもった本発明ダイヤモンド基焼結材料1～12および比較ダイヤモンド基焼結材料1、2をそれぞれ製造した。

なお、比較ダイヤモンド基焼結材料1、2は、ダイヤモンド粉末の粒径および超高压焼結条件を調整することによりアルカリ土類炭酸塩を主体とする分散相の含有割合がこの発明の範囲から外れるように製造したものである。

また、比較の目的で、原料粉末として3～10mmの範囲内の所定の平均粒径を有するダイヤモンド粉末、TiC粉末、TiN粉末、Co粉末、およびNi粉末を用い、これら原料粉末を第2表に示される配合組成に配合し、メノウ乳鉢にて、溶媒としてアセトンを用いて湿式混合し、乾燥した後、200MPaの圧力で圧粉体に成形し、この圧粉体を通

常のベルト型超高压焼結装置に装入し、第2表に示される条件で超高压焼結することにより実質的に配合組成と同じ成分組成を有し、かつ直径：7mm^φ×厚さ：1mmの同寸法をもった従来ダイヤモンド基焼結材料1～3をそれぞれ製造した。

ついで、この結果得られた各種のダイヤモンド基焼結材料について、ピッカース硬さおよび熱伝導率を測定し、かつTNG A332の形状に則した切削チップを切出し、これをWC基超硬合金（Co:6重量%含有）の基体に接着した状態で、

被削材：WC基超硬合金（Co:24重量%含有）の丸棒、

切削速度：30m/min、

切込み：0.2mm、

送り：0.1mm/rev.、

の条件でWC基超硬合金の乾式仕上切削試験を行ない、使用寿命に至るまでの切削時間を測定した。これらの結果をそれぞれ第1表および第2表に示した。

種 別		製 造 条 件						成 分 組 成 (容 量 %)			硬 さ (Hv)	熱 伝 導 率 $\left(\frac{\text{cal}}{\text{cm} \cdot \text{sec} \cdot ^\circ\text{C}}\right)$	切 削 時 間 (分)
		ダイヤモンド 粉末の平均 粒 径 (μm)	アルカリ土類 炭酸塩の種類 (重量比)	ダイヤモンド 粉末層の層厚 (mm)	アルカリ土類 炭酸塩粉末層 の層厚 (mm)	焼 結 条 件 圧 力 (GPa)	温 度 (℃)	アルカリ 土 類 炭 酸 塩	その他	ダイヤモンド			
本 発 明 ダイヤモンド 基焼結材料	1	3	MgCO ₃	1.0	0.5	8	2000	5	—	残	6500	1.7	15
	2	3	MgCO ₃	1.0	0.2	8	2200	4	MgO:3	残	6300	1.9	14
	3	10	MgCO ₃	1.0	1.5	8	2300	6	MgO:8	残	6600	1.7	10
	4	3	(Ca,Mg)CO ₃	1.0	0.2	8	1800	8	—	残	6500	1.7	12
	5	30	MgCO ₃ + CaCO ₃ (1:1)	1.0	0.2	8	2000	0.5	—	残	7000	2.0	8
	6	7	MgCO ₃ + SrCO ₃ (1:1)	1.0	0.1	8	2000	8	—	残	6500	1.7	10
	7	3	SrCO ₃	0.5	0.05	8	2000	8	—	残	6500	1.7	12
	8	3	BaCO ₃	1.0	0.2	8	2000	8	—	残	6300	1.7	12
	9	3	SrCO ₃	1.0	0.1	8	2300	10	SrC ₂ :5	残	6000	1.3	8
	10	1	MgCO ₃	0.2	0.2	8	2000	12	—	残	6200	1.5	9
	11	3	CaCO ₃	1.0	0.2	8	2200	6	CaO:4	残	6300	1.7	10
	12	7	MgCO ₃ + CaCO ₃ (1:1)	1.0	0.2	8	2200	8	MgO:2, CaO:2	残	6300	1.7	12
比 較 ダイヤモンド 基焼結材料	1	20	MgCO ₃	2.0	0.2	8	1800	0.35 [※]	—	残	7000	1.0	切削開始直 後割れ発生
	2	3	CaCO ₃	0.5	0.5	7	2400	17 [※]	—	残	5500	0.85	4

(※印：本発明範囲外)

種 別		配 合 組 成 (容量%)					焼 結 条 件		硬 さ (Hv)	熱 伝 導 率 $\left(\frac{\text{cal}}{\text{cm} \cdot \text{sec} \cdot ^\circ\text{C}}\right)$	切削時間 (分)
		TiC	TiN	Co	Ni	ダイヤモンド	圧 力 (GPa)	温 度 (℃)			
従 来 ダイヤモンド 基焼結材料	1	20	20	—	—	残	6	1500	4000	0.17	2
	2	—	—	10	—	残	6	1500	4500	0.22	1
	3	20	—	—	5	残	6	1500	4500	0.20	2

第 2 表

〔発明の効果〕

第1表および第2表に示される通り、本発明ダイヤモンド基焼結材料1～12は、別途組織観察したところ、いずれもダイヤモンドからなる素地に微細なアルカリ土類炭酸塩を主体とする分散相が均一に分布した組織を示しており、この結果がビッカース硬さで約6000～8000の硬さおよび約2～5 cal/cm・sec・℃の熱伝導率を有する天然ダイヤモンドとはほぼ同等の硬さおよびこれに近い高熱伝導率を示すことに現われており、したがって切削試験ではすぐれた耐摩耗性を示し、長い切削寿命を示すのに対して、従来ダイヤモンド基焼結材料1～3は、いずれもダイヤモンド粒が分散相を形成し、このダイヤモンドがTiCやTiNのセラミック、鉄族金属からなる結合相によって結合された組織をもつもので、硬さおよび熱伝導率が相対的に低く、切削試験でも相対的に短い使用寿命しか示さないことが明らかである。

一方、比較ダイヤモンド基焼結材料1は、ダイヤモンド粒同志の接合が不十分なために、特に熱

伝導率が低く、かつ切削試験では強度不足が原因で切削開始後直ちに割れが発生し、また比較ダイヤモンド基焼結材料2は、分散相の含有割合が高すぎるために、硬さおよび熱伝導率とも低く、さらに耐摩耗性も低いので切削試験では相対的に短い使用寿命しか示さないことが明らかである。

上述のように、この発明のダイヤモンド基焼結材料は、天然ダイヤモンドと同等の高硬度、およびこれに近い高熱伝導性、および高温安定性を有するので、これらの特性が要求される切削工具は勿論のこと、超高压発生装置のアンビル材や、半導体レーザーおよびマイクロ波用デバイスなどのヒートシンク材、さらに超高压発生装置の観察用窓材や宇宙船の窓材、赤外線領域のレーザー用窓材などとして適用した場合に著しく長期に亘ってすぐれた性能を発揮するなど工業上有用な特性を有するのである。

出 願 人 : 科学技術庁無機材質研究所
出 願 人 : 三 菱 金 属 株 式 会 社
代 理 人 : 富 田 和 夫 外 1 名

特開平4-74766(5)

第1頁の続き

②発明者 笹野 益生 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内